

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-232061

(43)公開日 平成8年(1996)9月10日

(51)Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 3 C 14/34			C 2 3 C 14/34	A
B 2 1 J 1/04			B 2 1 J 1/04	
		5/00	5/00	E
C 2 2 F 1/18			C 2 2 F 1/18	H
// H 0 1 L 21/203			H 0 1 L 21/203	S
審査請求 未請求 請求項の数 1 F D (全 4 頁)				

(21)出願番号 特願平7-64680

(22)出願日 平成7年(1995)2月27日

(71)出願人 000205351

住友シチックス株式会社
兵庫県尼崎市東浜町1番地

(72)発明者 大西 隆

兵庫県尼崎市東浜町1番地 住友シチックス株式会社内

(72)発明者 吉村 泰徳

兵庫県尼崎市東浜町1番地 住友シチックス株式会社内

(72)発明者 岡本 節男

兵庫県尼崎市東浜町1番地 住友シチックス株式会社内

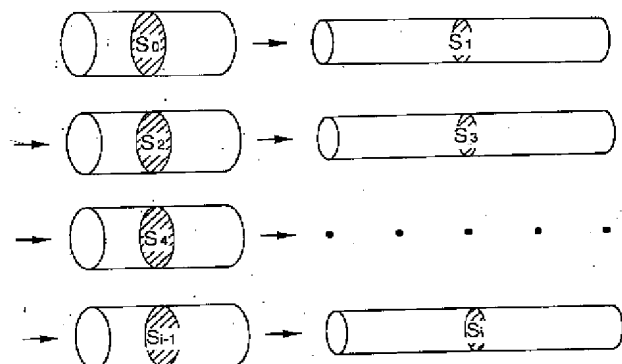
(74)代理人 弁理士 生形 元重 (外1名)

(54)【発明の名称】 高純度チタン材の鍛造方法

(57)【要約】

【目的】 スパッタ膜厚の均一性に優れたチタンターゲットを製造するための高純度チタン材の鍛造方法を提供する。

【構成】 変態点以上の温度で鍛錬成形比が5以上となるように鍛伸と据え込みを組み合わせた1次鍛造加工を行なう。その後、変態点以下の温度で鍛錬成形比が5以上となるように鍛伸と据え込みを組み合わせた2次鍛造加工を行なう。



$$\text{鍛錬成形比} = \frac{S_0}{S_1} + \frac{S_2}{S_1} + \frac{S_2}{S_3} + \frac{S_4}{S_3} + \dots + \frac{S_{i-1}}{S_i} + \frac{S_{i+1}}{S_i}$$

* 但し、鍛造回数が奇数の時は $\frac{S_{i+1}}{S_i}$ を省略し、iには鍛造回数を代入

* 偶数 * (鍛造回数) - 1 を i に代入

【特許請求の範囲】

【請求項1】 スパッタリング用のチタンターゲットを製造するための高純度チタン材の鍛造プロセスにおいて、変態点以上の温度で鍛錬成形比が5以上となるように鍛伸と据え込みを組み合わせた1次鍛造加工を1回以上行った後、変態点以下の温度で鍛錬成形比が5以上となるように鍛伸と据え込みを組み合わせた2次鍛造加工を1回以上行なうことを特徴とする高純度チタン材の鍛造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、スパッタリング用チタンターゲットの製造に用いられる高純度チタン材の鍛造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】半導体デバイスの製造においては、配線材料やバリヤメタルを半導体素子に形成するために、スパッタリングによる高純度チタンの薄膜形成技術が用いられている。このスパッタリングに用いられる高純度チタンターゲットは、通常、鑄造、鍛造、圧延、熱処理の各プロセスを経て製造される。

【0003】ところで、このようなスパッタリング用チタンターゲットにおいては、スパッタ膜厚の均一化を図るために、結晶粒の微細化が必要とされており、そのために鍛造および圧延で形状を整えると共に、圧延および熱処理での再結晶により、結晶粒径を制御するようにしている。

【0004】ここで鍛造は、従来は鑄造材の整形を主眼として行なわれ、スパッタリング用チタンターゲットの製造でも専ら鑄造材の形状を圧延に適した形状に整えるために行なわれていたが、一部では鑄造組織の破壊にも利用されていた。例えば特開昭62-286639号公報には、スパッタリングターゲットを製造するためのものではないが、チタン合金の鍛造において鍛伸と据え込みの繰り返しにより変態点以上の温度では鍛錬成形比5～8の鍛造を行い、変態点以下の温度では3～4の鍛造を行った場合に、結晶粒が微細化されたことが示されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】このような鍛伸と据え込みの繰り返しによる鍛造は、高純度チタンの場合にも鑄造組織の破壊に有効である。しかし、その高純度チタンの鍛造材を圧延、熱処理してスパッタリングターゲットとしても、スパッタ膜厚の均一化に与える影響は小さく、実効性のある効果は得られなかった。

【0006】本発明の目的は、膜厚均一化効果の高いスパッタリング用チタンターゲットを製造するための高純度チタンの鍛造方法を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】膜厚均一化効果の高いス

パッタリング用チタンターゲットを製造するため、本発明者らは鍛造プロセスに着目し、実験を繰り返した。その結果、鍛伸と据え込みの繰り返しによる鍛造加工、特に変態点以下の温度での鍛造加工が、スパッタリング用チタンターゲットの製造では重要であること、特開昭62-280639号公報に示されている繰り返し鍛造がスパッタリングターゲットを製造する場合に十分機能しないのは、変態点以下の温度での鍛造加工が不足するためであり、変態点以下の温度での鍛造加工を変態点以上の温度での鍛造加工と同等かこれより大きなものとするにより、その鍛造材から製造されたスパッタリングターゲットは、高い膜厚均一化効果を示すことが明らかになった。

【0008】本発明はかかる知見に基づきなされたもので、スパッタリング用チタンターゲットを製造するための高純度チタン材の鍛造プロセスにおいて、変態点以上の温度で鍛錬成形比が5以上となるように鍛伸と据え込みを組み合わせた1次鍛造加工を1回以上行った後、変態点以下の温度で鍛錬成形比が5以上となるように鍛伸と据え込みを組み合わせた2次鍛造加工を1回以上行なうことを特徴とする高純度チタン材の鍛造方法を要旨とする。

【0009】

【作用】本発明の鍛造方法で高純度チタンとは4N5（99.995%）以上のものを指す。また、鍛錬成形比とは、図1に示すように、鍛伸および据え込みでの各断面積比を合計した値である。そして本発明の鍛造方法では、鍛錬成形比が5以上の1次鍛造加工および2次鍛造加工が行われる。

【0010】1次鍛造加工は鑄造組織の破壊を目的とする。そのため、加工性が良好な変態点以上の温度でこの加工を行なう。ただし、必要以上に高い鍛造温度は材料表面の酸化を促進する。望ましい鍛造温度は900～950℃である。1次鍛造加工での鍛錬成形比を5以上としたのは、これ未満では鑄造組織の破壊が不足するからである。ただし、この加工では後述する2次鍛造加工ほど加工度が大きな意味を持たず、大きな加工度はむしろ経済性を悪化させる原因になるので、成形比の上限としては10以下が望ましく、加工回数は1回で十分である。

【0011】2次鍛造加工は加工歪の蓄積を目的とする。1次鍛造加工では加工性の良い変態点以上の温度で加工が行われるので、鑄造組織を破壊することはできても加工歪を蓄積することはできない。2次鍛造加工で加工歪を蓄積することにより、これに続く圧延・熱処理工程で再結晶が促進され、結晶粒の微細化が図られることにより、そのスパッタリングターゲットは膜厚の均一性に優れたものとなる。加工歪を蓄積するため、2次鍛造加工での鑄造温度は、加工性の良くない変態点以下の温度で行う。ただし、鍛造温度が低すぎると加工で割れが生

じるおそれがあるので、2次鍛造加工での鍛造温度の下限としては500℃以上が望ましい。加工度としては最小限5以上の鍛錬成形比が必要であり、10以上が望ましく20以上が更に望ましい。ただし経済性を考慮すると10～20が望ましく15～20が特に望ましい。加工の回数も2以上が望ましく3回が特に望ましい。

【0012】1次鍛造加工および2次鍛造加工において鍛伸と据え込みの組み合わせを使用するのは、1次鍛造加工では、鍛錬成形比を増加させることにより鍛造組織を破壊してマクロ組織を均一にするためであり、2次鍛造加工では鍛錬成形比を増加させることにより加工歪を蓄積し、その後の圧延、熱処理工程での結晶粒を微細化*

* するためである。

【0013】

【実施例】以下に本発明の実施例を示し、比較例と対比することにより本発明の効果を明らかにする。

【0014】不純物を表1に示す99.995% (4N5)の高純度チタン鋳塊を表2の条件で鍛造した。各条件での鍛造材に対し、鍛伸と据え込み方向のそれぞれに対して垂直な断面のマクロ組織判定を行った。マクロ組織判定の合格基準は、結晶粒の最大長さで5mm以下とした。

【0015】

【表1】

単位：ppm

Fe	Cr	Ni	Na	K	Th	U	O
10	3	2	<0.1	<0.1	<0.001	<0.001	250

【0016】

※ ※【表2】

No.	1050～ 900℃ 加熱		860～ 600℃ 加熱		鍛造材 マクロ 組織 判定	ターゲット 結晶粒径 (μm)	スパッタ 膜厚分布 (%)
	鍛錬 成形 比	繰り 返し 数	鍛錬 成形 比	繰り 返し 数			
1	9	—	—	—	否	未再結晶粒有	12
2	5	—	4	—	否	未再結晶粒有	11
3	14	—	5	1	否	50	10
4	15	1	—	—	合	未再結晶粒有	12
5	17	2	—	—	合	未再結晶粒有	12
6	7	1	8	—	合	未再結晶粒有	11
7	7	1	10	1	合	30	8
8	7	1	14	2	合	20	7
9	7	1	20	3	合	10	5
10	5	1	5	1	合	50	9
11	10	1	15	1	合	15	7
12	17	2	10	1	合	30	8

【0017】各条件での鍛造材を加熱温度300℃、圧下率50%で圧延した後、500℃の熱処理を行ってスパッタリングターゲットとした。切断法によりターゲットの結晶粒径を測定した。また、各ターゲットを使用してスパッタリングを行い、膜厚分布を測定した。スパッタリングにより形成された薄膜の平均膜厚は約500オングストロームであり、膜厚分布は(最大膜厚-最小膜★50

★厚) / (平均膜厚×2) × 100 (%) で表した。

【0018】No. 1では、1次鍛造加工で鍛伸と据え込みの組み合わせを採用せず2次鍛造加工も行わなかったため、鍛造材のマクロ組織が不合格となり、圧延・熱処理を受けたターゲットにも未再結晶粒が残り、スパッタ膜厚分布は12%であった。No. 2, 3のように2次鍛造加工を行ってもスパッタ膜厚はそれほど均一化されな

い。

【0019】No. 4, 5では、1次鍛造加工で鍛伸と据え込みの組み合わせを行ったので、鍛造材のマクロ組織は合格となったが、ターゲットには未再結晶粒が残り、スパッタ膜厚分布はNo. 1の場合と変わらなかった。No. 6のように2次鍛造加工を行なっても、それが不十分であると、1次鍛造加工での加工度を大きくしてもスパッタ膜厚はそれほど均一化されない。

【0020】これらに対し、No. 7~12では1次鍛造加工および2次鍛造加工で鍛伸と据え込みの組み合わせを行い、かつその2次鍛造加工で十分な加工を行ったので、鍛造材のマクロ組織は合格となり、ターゲットでも

未再結晶粒のない微細な結晶粒が得られ、その結果、スパッタ膜厚の分布は大幅に均一化された。

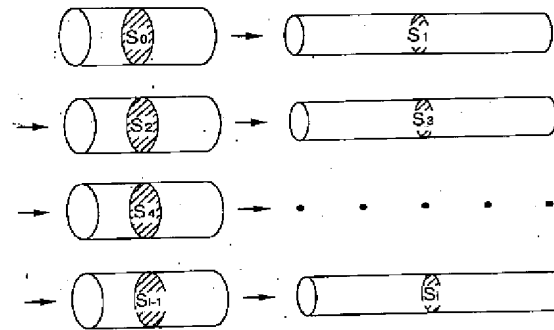
【0021】

【発明の効果】以上に説明した通り、本発明の高純度チタン材の鍛造方法は、変態点以上の1次鍛造加工に続けて変態点以下で十分な2次鍛造加工を行うことにより、スパッタ膜厚の均一性に優れた高品質なスパッタリング用チタンターゲットを提供でき、半導体デバイスの高集積化等に寄与する。

10 【図面の簡単な説明】

【図1】鍛伸と据え込みの組み合わせ加工およびその加工での鍛錬成形比を示す図である。

【図1】



$$\text{鍛錬成形比} = \frac{S_0}{S_1} + \frac{S_2}{S_1} + \frac{S_2}{S_3} + \frac{S_4}{S_3} + \dots + \frac{S_{i-1}}{S_i} + \frac{S_{i+1}}{S_i}$$

* 但し、鍛造回数が奇数の時は $\frac{S_{i+1}}{S_i}$ を省略し、 i には鍛造回数を代入
 ○ 偶数 ○ (鍛造回数) - 1, i に代入

PAT-NO: JP408232061A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 08232061 A
TITLE: METHOD FOR FORGING HIGH
PURITY TITANIUM MATERIAL
PUBN-DATE: September 10, 1996

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
ONISHI, TAKASHI	
YOSHIMURA, YASUTOKU	
OKAMOTO, SETSUO	

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
SUMITOMO SITIX CORP	N/A

APPL-NO: JP07064680
APPL-DATE: February 27, 1995

INT-CL (IPC): C23C014/34 , B21J001/04 ,
B21J005/00 , C22F001/18 ,
H01L021/203

ABSTRACT:

PURPOSE: To produce a high quality sputtering target capable of giving a sputtered film thickness excellent in uniformity by performing sufficient secondary forging at a temp. not higher

than the transformation point in succession to primary forging at a temp. not lower than the transformation point, at the time of forging a high purity titanium material.

CONSTITUTION: Primary forging, combining cogging with upsetting, is applied one or more times to a high purity titanium material at a temp. not lower than the transformation point (desirably about 900-950°C) so that forging ratio becomes ≥ 5 (desirably ≤ 10) to destroy cast structure. Subsequently, secondary forging, combining cogging with upsetting, is done one or more times at a temp. in the range not higher than the transformation point and not lower than about 500°C so that forging ratio becomes ≥ 5 (desirably about 15-20) to accumulate working strain. By this procedure, crystalline grains can be refined in the following rolling and heat treatment stages. By this method, the titanium target for sputtering, improved in film thickness uniformizing effect, can be obtained.

COPYRIGHT: (C)1996, JPO